

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-051359

(43)Date of publication of application : 04.03.1988

(51)Int.Cl. C07C 69/94
// C07B 53/00
C09K 19/12
C09K 19/44
C09K 19/54
G02F 1/13

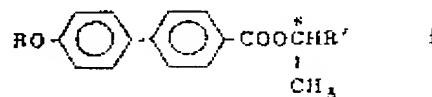
(21)Application number : 61-194284 (71)Applicant : DAINIPPON INK & CHEM INC

(22)Date of filing : 20.08.1986 (72)Inventor : SASAKI MAKOTO
TAKEUCHI KIYOBUMI
TAKATSU HARUYOSHI

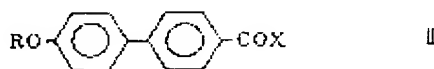
(54) OPTICAL ACTIVE BIPHENYL ESTER DERIVATIVE

(57)Abstract:

NEW MATERIAL: A compound shown by formula I
(R is 4W20C alkenyl containing at least one trans double bond; R' is 2W8C alkyl or phenyl; C* is asymmetric carbon).



USE: An electro-optical display material,
Addition of a small amount of the titled
derivative to a nematic liquid crystal composition
can prepare a chiral nematic liquid crystal
composition having short spiral pitch.



PREPARATION: A compound shown by formula
II (X is halogen, preferably Cl) is reacted with an
optically active alcohol shown by formula III in a
basic solvent such as pyridine, etc., to give a
compound shown by formula I.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision
of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted]

registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-51359

⑮ Int.Cl.⁴ 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 昭和63年(1988)3月4日
C 07 C 69/94 6917-4H
// C 07 B 53/00 7457-4H
C 09 K 19/12 6516-4H
19/44 6516-4H
19/54 B-6516-4H
G 02 F 1/13
審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 光学活性なビフェニルエステル誘導体

⑯ 特 願 昭61-194284

⑰ 出 願 昭61(1986)8月20日

⑱ 発 明 者 佐々木 誠 埼玉県浦和市太田窪1-24-9
⑱ 発 明 者 竹内 清文 東京都板橋区四葉1-29-8-201
⑱ 発 明 者 高津 晴義 東京都小平市学園西町1-22-20-302
⑲ 出 願 人 大日本インキ化学工業 東京都板橋区坂下3丁目35番58号
株式会社
⑳ 代 理 人 弁理士 高橋 勝利

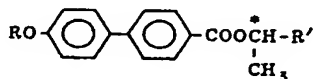
明 細 書

1. 発明の名称

光学活性なビフェニルエステル誘導体

2. 特許請求の範囲

一般式



(式中、Rは炭素原子数4～20の直鎖状アルキル基で少なくとも1つ以上のトランス2重結合を有するものを表わし、R'は炭素原子数2～8の直鎖状アルキル基またはフェニル基を表わし、Cは不斉炭素原子を表わす。)

で表わされる化合物。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は電気光学的表示材料として有用な新規な光学活性安息香酸エステル誘導体に関する。

〔従来の技術〕

現在、TN(Twisted Nematic)型液晶表示素子のリバース・ドメインの発生を防止するために、

通常0.1%程度のコレステリック液晶あるいは0.1～1%程度の光学活性化合物をネマチック液晶組成物に添加する方法がとられている。

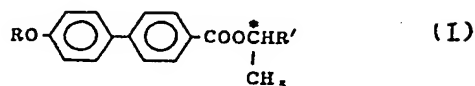
最近、ティー・ジュー・シェファー(T. J. Scheffer)等[APPLIED PHYSICS LETTERS, 45, 1021～1023(1984)]によって提案されたSBE(Supertwisted Birefringence Effect)表示素子は高時分割の性能が特にすぐれており、フラットパネルに適している。このSBE表示素子中のネマチック液晶は光学活性化合物の添加によって180～270°ツイストさせてある。このため、できるだけ少量の添加によって短い旋ピッチを達成し得る光学活性化合物が必要とされている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明が解決しようとする問題点は、ネマチック液晶組成物に少量添加することによって短い旋ピッチを有するカイラルネマチック液晶組成物を調製することができる新規な光学活性化合物の提供にある。

〔問題点を解決するための手段〕

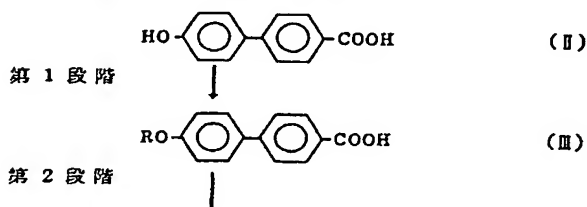
本発明は、上記問題点を解決するために、
一般式



(式中、Rは炭素原子数4～20の直鎖状アルケニル基で、少なくとも1つ以上のトランス2重結合を有するものを表わし、R'は炭素原子数2～8の直鎖状アルキル基またはフェニル基を表わし、 $\overset{\cdot}{\text{C}}$ は不斉炭素原子を表わす。)

で表わされる化合物を提供する。

本発明に係る式(I)の化合物は次の製造方法に従って製造することができる。

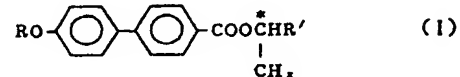
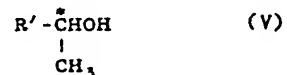
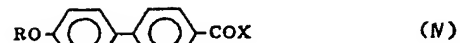


ルを用いればよい。反応は常圧及び反応混合物の避流温度で行なう。反応によって生成した混合物から式(N)の化合物を単離する必要はなく、過剰のハロゲン化剤を除去するだけでよい。

第3段階—第2段階で製造した粗製の式(N)の化合物と式(V)の光学活性アルコールとを、ピリジンの如き塩基性溶媒中で反応させる。反応生成物に対して、溶媒抽出、水洗、乾燥、再結晶等の精製処理を施すことによって、目的とする式(I)の化合物を単離することができる。

斯くして製造される式(I)の代表的な化合物の転移温度及び比旋光度は、第1表に示す通りである。

第3段階

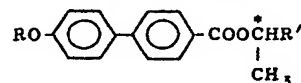


(上記式(II)、(III)、(N)、及び(V)におけるR、R'及び $\overset{\cdot}{\text{C}}$ は式(I)におけるそれらの意味と同じ意味を示し、Xはハロゲン原子を示す。)

第1段階—式(II)の化合物に、含水エタノール中、水酸化カリウム存在下、ハロゲン化アルキルを反応させる。反応生成物に対して溶媒抽出、水洗、乾燥、再結晶等の精製処理を施すことによって、式(III)の化合物を単離することができる。

第2段階—第1段階で製造した式(III)の化合物に、ハロゲン化剤を反応させて式(N)の化合物を製造する。式(N)の化合物において、好ましいXは塩素原子であり、ハロゲン化剤としては塩化チオニ

第1表



No	R	R'	転移温度 (°C)	$[\alpha]_D^{25}$
1	$\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCH}_2-$	$n\text{-C}_8\text{H}_{17}$	60 (S \rightarrow I)	+30.4
2	$\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCH}_2-$	C_6H_5	82 (C \rightarrow I)	+87.4

(第1表中、Cは結晶相、Sはスメクチック相、Iは等方性液体相を示す。)

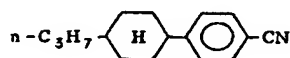
本発明に係る式(I)の化合物は電気光学的表示材料として通常使用されるネマチック液晶組成物に混合して使用することができる。式(I)の化合物と混合して使用することのできる好ましい液晶化合物の代表例としては、例えば4-置換安息香酸4'-置換フェニルエステル、4-置換シクロヘキサノカルボン酸4'-置換フェニルエステル、4-置換シクロヘキサノカルボン酸4'-置換ビフェニ

ルエステル、4(4-置換シクロヘキサンカルボニルオキシ)安息香酸4'-置換フェニルエステル、4(4-置換シクロヘキシル)安息香酸4'-置換フェニルエステル、4(4-置換シクロヘキシル)安息香酸4'-置換シクロヘキシルエステル、4-置換4'-置換ビフェニル、4-置換4'-置換フェニルシクロヘキサン、4-置換4'-置換ターフェニル、4-置換4'-ビフェニルシクロヘキサン、2(4'-置換フェニル)-5-置換ピリミジンなどを挙げることができる。

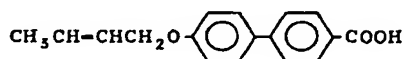
第1図はネマチック液晶材料として現在汎用されている母体液晶(A)に第1表に示した式(I)の化合物(第1表記載の底1~底2の化合物)を種類の割合で添加して得られる液晶組成物における旋ピッチPの逆数($1/P$)と式(I)の化合物の添加量の関係を示したものである。

尚、母体液晶(A)は

2.4重量%の



(0.08モル)を溶解させた含水エタノールに加え、室温で30分撹拌する。次いで加熱還流下でクロチルクロライド5.5g(0.06モル)を滴下し、2時間加熱還流した。反応終了後、エタノールを減圧留去し、残渣に18% HCl 50 ml を加え、析出する結晶を濾取し、水洗した後、減圧乾燥し、下記化合物5.3g(0.02モル)を得た。



次に過剰の塩化チオニルを加え、2時間加熱還流した。反応終了後、過剰の塩化チオニルを減圧留去し、得られた粗製物にピリジン30 ml 及び(S)-(+)-2-オクタノール2.6g(0.02モル)を加え、50℃で1時間反応させた。反応終了後、反応生成物を塩酸酸性下でトルエン抽出し、次いで水洗、乾燥し溶媒を減圧留去後、メタノールで再結晶精製して下記化合物5.1g(0.014モル)を得た。

3.6重量%の

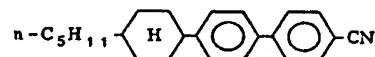


2.5重量%の



及び

1.5重量%の

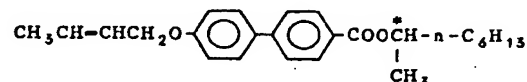


から成るものである。

第1図は、式(I)の化合物を母体ネマチック液晶に少量添加することによって、 $1/P$ の値が急激に大きくなったネマチック液晶組成物、即ち、短いら旋ピッチを有するカイラルネマチック液晶組成物を調製できることを示している。

実施例1

4-(4'-ヒドロキシ)ビフェニルカルボン酸
8.6g(0.04モル)を水酸化カリウム5.3g



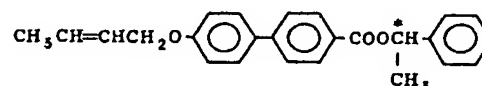
収率 70%

転移温度 60℃(S→I)

$[\alpha]_D^{25} = +30.4$

実施例2

実施例1と同様にして下記化合物を得た。



収率 63%

転移温度 82℃(C→I)

$[\alpha]_D^{25} = +87.4$

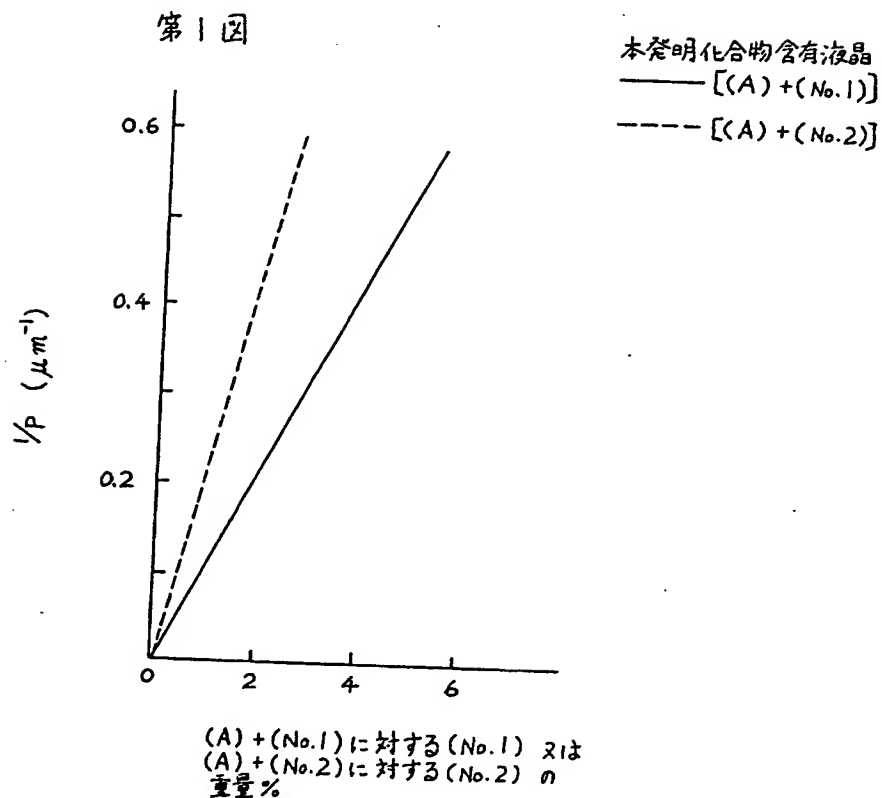
〔発明の効果〕

本発明に係る光学活性化合物は、現在汎用されているネマチック液晶組成物に少量添加することによって短いら旋ピッチを有するカイラルネマチック液晶組成物を調製することができる化合物である。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、ネマチック液晶材料として現在汎用されている母体液晶(A)に第1表に示した式(I)の化合物(第1表記載のNo.1~No.2の化合物)を種々の割合で添加して得られる液晶組成物における旋ピッチPの逆数($1/P$)と式(I)の化合物の添加量の関係を示した図表である。

代理入 弁理士 高 橋 勝 利



手 続 補 正 書

6.補正の内容

昭和62年7月15日 (1) 明細書第1頁第16行目における

特許庁長官 小 川 邦 夫 殿

「安息香酸エステル誘導体」を

1.事件の表示

「ビフェニルエステル誘導体」に

昭和61年特許願第194284号

補正する。

2.発明の名称

以 上

光学活性なビフェニルエステル誘導体

3.補正をする者

事件との関係 特許出願人

〒174 東京都板橋区坂下三丁目35番58号

(288) 大日本インキ化学工業株式会社

代表者 川 村 茂 邦

4.代 理 人

〒103 東京都中央区日本橋三丁目7番20号

大日本インキ化学工業株式会社内

電話 東京(03)272-4511(大代表)

(8876) 弁理士 高 橋 勝 利

5.補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

